

⑤

Int. Cl. 2:

D 06 M 15/66

⑱ **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

D 06 M 15/52

DEUTSCHES



PATENTAMT

DT 26 06 211 A 1

⑪

Offenlegungsschrift 26 06 211

⑫

Aktenzeichen:

P 26 06 211.3-43

⑬

Anmeldetag:

17. 2. 76

⑭

Offenlegungstag:

25. 8. 77

⑳

Unionspriorität:

⑳ ㉑ ㉒

⑤

Bezeichnung:

Fiberfill aus Polyesterfasern

⑦

Anmelder:

Bayer AG, 5090 Leverkusen; Faserwerke Hüls GmbH, 4370 Marl

⑧

Erfinder:

Salamon, Manfred, Dr.; Hagebaum, Hans Jürgen;
Felousek, Herbert, Dr.; 4047 Dormagen; Jürgen, Klaus, Dipl.-Ing.,
4370 Marl; Boeck, Robert, 4047 Dormagen

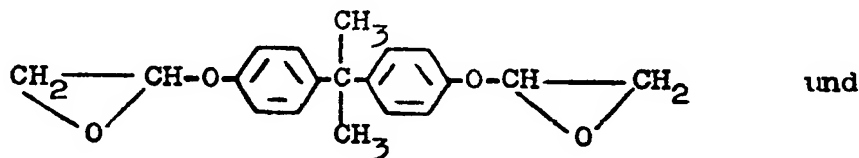
Prüfungsantrag gem. § 28 b PatG ist gestellt

DT 26 06 211 A 1

Patentansprüche :

1.) Fiberfill aus mit einer Siliconavivage, einem Härter und einem Antistatistikmittel versehenen gekräuselten Polyesterfasern, dadurch gekennzeichnet, daß die Polyesterfasern einen Titer von 3 bis 20 dtex, eine Schnittlänge von 30 bis 70 mm und eine Kräuselbogenzahl von 22 bis 30 auf 100 mm aufweisen und mit 0,2 bis 2 Gew.% einer Präparation versehen sind, welche aus

- A) einer Mischung von
 - a) OH-Gruppen-endgestopptem Polydimethylsiloxan und
 - b) Polymethylhydrogensiloxan
 im Gewichtsverhältnis a : b von etwa 26 : 17,
- B) dem Reaktionsgemisch aus dem Epoxid der Formel



Hexamethylendiamin,

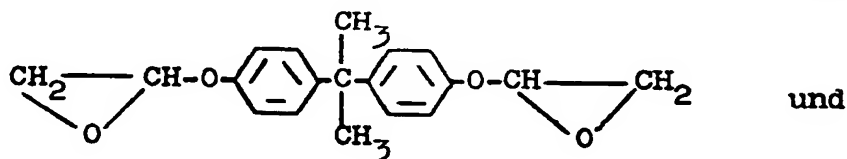
- C) einem Härter aus Zinn-dioctylmaleinat und Zinnbutyl-laurat im Gewichtsverhältnis 1 : 1 und
- D) einem Antistatikum

besteht.

2.) Fiberfill nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Polyesterfasern 0,2 bis 2 Gew.% an Polysiloxanpräparation und 0,1 bis 0,6 Gew.% an oxäthyliertem 1,12-Dodecandiol als Präparation, jeweils bezogen auf das Gewicht der Fasern, enthalten.

3.) Verfahren zur Herstellung von Fiberfill unter Verwendung von mit einer Silicon-Präparation und einem Antistatikmittel versehenen gekräuselten Polyesterfasern, dadurch gekennzeichnet, daß man ein in bekannter Weise verstrecktes, gekräuselt und fixiertes Polyester-Kabelband, dessen Einzel-filamente einen Titer von 3 bis 20 dtex und eine Kräuselbogenzahl 22 bis 30 auf 100 mm aufweisen, mit einer wäßrigen Siliconemulsion behandelt, welche besteht aus

- A) einer Mischung von
 a) OH-Gruppen-endgestopptem Polydimethylsiloxan und
 b) Polymethylhydrogensiloxan
 im Gewichtsverhältnis a : b von etwa 26 : 17,
 B) dem Reaktionsgemisch aus dem Epoxid der Formel



Hexamethyldiamin,

- C) einem Härter aus Zinn-dioctylmaleinat und Zinnbutyl-laurat im Gewichtsverhältnis 1 : 1,

anschließend das Kabelband abquetscht auf einen Gehalt an Emulsion, der dem gewünschten Feststoffgehalt entspricht, trocknet und kondensiert und dann mit einer wäßrigen Lösung eines Antistatikums zum gewünschten Effektivauftrag aviviert, das Kabelband auf eine Schnittlänge von 30 bis 70 mm schneidet und die erhaltenen Stapelfasern in bekannter Weise zu einem Vlies verarbeitet.

4.) Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß man das Kabelband in einem solchen Maße nach der Avivierung abquetscht, daß es nach der anschließenden Trocknung 0,2 bis 2 Gew.%, (bezogen auf das Gewicht der Faser) an Polysiloxan-Präparation enthält.

Le A 16,962

- 11 -

709834/0932

5.) Verfahren nach Anspruch 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß man das mit der Polysiloxan-Präparation versehene und getrocknete Kabelband mit einer solchen Menge der wäßrigen Lösung oxäthyliertem 1,12-Dodecandiol aviviert, daß der Effektivauftrag 0,1 bis 0,6 Gew.% beträgt, bezogen auf das Gewicht der Faser.

6.) Verwendung von Polyesterfasern, deren Einzeltiter 3 bis 20 dtex, deren Schnittlänge 30 bis 70 mm und deren Kräuselbogenzahl 22 bis 30 auf 100 mm beträgt, welche 0,2 bis 2 Gew.% einer Polysiloxanpräparation, bestehend aus etwa 60,5 Gew.% OH-Gruppen-endgestopptem Polydimethylsiloxan und etwa 39,5 Gew.% Polyhydrogenmethyilsiloxan, und 0,1 bis 0,6 Gew.% eines Antistatikums als weitere Präparation enthält, jeweils bezogen auf das Fasergewicht, zur Herstellung von Fiberfill.

FASERWERKE HÜLS

GESELLSCHAFT MIT BESCHRÄNKTER HAFTUNG

. 4.

509 Leverkusen, Bayerwerk

4379 MARL. Kreis Recklinghausen

Sdt/Wn.

16. FEB. 1976

Fiberfill aus Polyesterfasern.

Die Erfindung betrifft ein Fiberfill aus Polyesterfasern, dessen optimale Gebrauchseigenschaften durch eine spezielle Kombination aus Faserstruktur und Avivage erzielt werden.

Aus der DT-AS 1 444 034 ist es bekannt, gekräuselte Polyester-Stapelfasern, die mit einer wäßrigen Emulsion eines Siliconharzes, eines metallorganischen siliconhärtenden Katalysators und eines antistatischen Mittels behandelt wurden, als Füllmaterialien, z.B. in Kissen, zu verwenden. Durch die Behandlung mit der genannten wäßrigen Emulsion sollen die Kräuseleigenschaften der Fasern verbessert werden. Als besonders geeignete Silicone werden die in der US-PS 2 588 365 beschriebenen und dort zur Behandlung von Textilien verwendeten Silicone erwähnt. Hierbei handelt es sich um Trimethylsiloxy-endblockierte Polydimethylsiloxane. Als besonders geeignete Antistatikmittel, die gemäß DT-AS 1 444 034 ebenfalls zusammen mit den Siliconen in der wäßrigen Emulsion enthalten sein müssen, werden wasserunlösliche polymere quaternäre Ammoniumcarboxylate genannt.

Aus der US-PS 3 271 189 ist es weiterhin bekannt, ein Fiberfill herzustellen, dessen Polyesterfasern einen dünnen Überzug aus einem mit einem Methylhydrogenpolysiloxan vernetzten Methylpolysiloxan besitzen.

Le A 16.962

- 1 -

709834/0932

Es hat sich jedoch gezeigt, daß ein nach den bekannten Methoden hergestelltes Fiberfill noch nicht alle an seine Gebrauchstüchtigkeit gestellten Forderungen erfüllt. Insbesondere läßt seine Waschbeständigkeit, d.h. die Gebrauchstüchtigkeit nach mehreren Wäschen, noch zu wünschen übrig. Ein Kissen, das mit einem Polyester Fiberfill gemäß dem Stand der Technik gefüllt ist, läßt sich nach mehreren Wäschen nicht mehr so aufschütteln, daß es seinen ursprünglichen Füllzustand wieder erreicht.

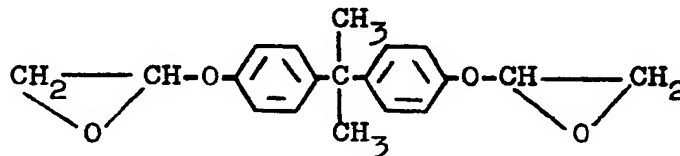
Es bestand daher die Aufgabe, ein Fiberfill aus Polyesterfasern zu schaffen, die mit einer Siliconavivage, einem Härter und einem Antistatikummittel versehen sind, das eine hohe Gebrauchstüchtigkeit auch nach langem Gebrauch und mehreren Wäschen beibehält.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß das Fiberfill aus Polyesterfasern im Titerbereich von 3 bis 20 dtex mit einer Schnittlänge von 30 - 70 mm besteht, die eine Kräuselbogenzahl von 22 bis 30 auf 100 mm (des Filaments im gestreckten Zustand) aufweisen und die mit 0,2 bis 2 Gew.% einer Präparation versehen sind, welche

A) aus einer Mischung von

- a) OH-Gruppen-endgestopptem Polydimethylsiloxan und
 - b) Polymethylhydrogensiloxan
- im Gewichtsverhältnis a : b von etwa 26 : 17,

B) dem Reaktionsgemisch aus dem Epoxid der Formel



und

Hexamethylendiamin,

Le A 16.962

- 2 -

709834/0932

2606211

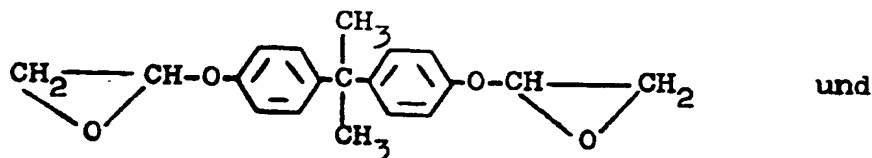
- 6.

- C) einem Härter aus Zinndioctylmaleinat und Zinndibutyl-
laurat im Gewichtsverhältnis 1 : 1 und
D) einem Antistatikum
besteht.

Nur wenn die Kombination von Faserstruktur und Zusammensetzung der Avivage eingehalten wird, hat das aus den Polyesterfasern hergestellte Fiberfill die gewünschten guten Gebrauchseigenschaften.

Man erhält das Fiberfill, indem man ein in bekannter Weise ver-
strecktes, gekräuseltertes und fixiertes Polyester-Kabelband, dessen
Einzelfilamente einen Titer von 3 - 20 dtex und eine Kräusel-
bogenzahl von 22 - 30 auf 100 mm (des Filaments im gestreckten
Zustand) aufweisen, mit einer wäßrigen Siliconemulsion be-
handelt, welche besteht aus

- A) einer Mischung von
a) OH-Gruppen-endgestopptem Polydimethylsiloxan und
b) Polymethylhydrogensiloxan
im Gewichtsverhältnis a : b von etwa 26 : 17,
B) dem Reaktionsgemisch aus dem Epoxid der Formel



Hexamethylendiamin,

- C) einem Härter aus Zinndioctylmaleinat und Zinndibutyl-
laurat im Gewichtsverhältnis 1 : 1,

anschließend das Kabelband abquetscht auf einen Gehalt an
Emulsion, der dem gewünschten Feststoffgehalt entspricht,
trocknet und kondensiert und dann mit einer wäßrigen Lösung
eines Antistatikums zum gewünschten Effektivauftrag aviviert,

Le A 16.962

- 3 -

709834/0932

b.

das Kabelband auf eine Schnittlänge von 30 - 70 mm schneidet und die erhaltenen Stapelfasern in bekannter Weise zu einem Vlies verarbeitet.

Man kann auch bereits geschnittene Stapelfasern statt des Kabelbandes in der beschriebenen Weise behandeln und diese dann zum Vlies verarbeiten.

Als Polyesterfasern eignen sich alle bekannten Fasern dieser Art, wie sie durch Verspinnen von Polyestern, die durch Polykondensation von Dicarbonsäuren und Glykolen erhältlich sind, und entsprechende Nachbehandlung der erhaltenen Filamente in bekannter Weise erhalten werden. Besonders gut eignen sich Fasern aus Polyäthylenterephthalat, Polybutylenterephthalat und dem Polyester aus Terephthalsäure und 1,4-Cyclohexan-dimethanol.

Es ist wichtig, daß der Titer der Einzelfilamente im Bereich von 3 bis 20 dtex, vorzugsweise von 5 bis 8 dtex, liegt.

Ebenso ist die Schnittlänge der Polyesterfasern von großer Bedeutung. Sie soll 30 bis 70 mm betragen, vorzugsweise im Bereich von 40 - 60 mm liegen.

Die Anzahl der Kräuselbögen auf 100 mm (des Filaments im gestreckten Zustand) soll 22 bis 30 betragen. Dieser Parameter hat sich als besonders kritisch erwiesen, da hiervon das Verhalten des Fiberfills nach erfolgten Waschen in äußerst starkem Maße abhängig ist. Füllvliese aus Fasern mit hoher Kräuseldichte haben zwar ein größeres Anfangsfüllvolumen als entsprechende Füllvliese aus Fasern mit geringerer Kräuseldichte, zeigen dagegen aber nicht den daunenähnlichen Charakter, den Füllvliese aus Fasern geringerer Kräuseldichte aufweisen. Die Vliese sind härter, erholen sich schlechter und neigen nach dem Waschen leichter zum Verklumpen als Vliesfüllungen aus Fasern mit niedriger Kräuseldichte.

Le A 16.962

- 4 -

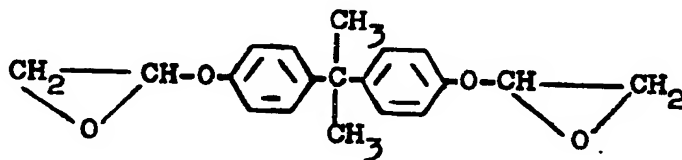
709834/0932

Die durch eine geringe Kräuselintensität erreichte Beweglichkeit der einzelnen Fasern im Vlies, welches zu Kopfkissen und Steppartikel verarbeitet wird, bleibt vor allem auch nach üblichen Haushaltswäschen erhalten, so daß evtl. auftretende Verschiebungen der Vlieseinlage durch der Hausfrau bekannte Manipulationen, wie Aufschütteln, Glattstreichen, leicht behoben werden können.

Außerdem verhindert die geringe Faser-Faserreibung des nach dem beanspruchten Verfahren hergestellten Füllmaterials ein Verklumpen und "Filzen" nach intensiver mechanischer Beanspruchung.

Die Zusammensetzung der auf die gekräuselten Kabelbänder aufzubringenden Präparation ist von ausschlaggebender Bedeutung für das Gebrauchsverhalten des daraus hergestellten Fiberfills.

Die wäßrige Silicon-Emulsion enthält die beiden Polysiloxan-Komponenten Polydimethylsiloxan (OH-Gruppen-endgestoppt) und Polyhydrogenmethylsiloxan im Gewichtsverhältnis von etwa 26 : 17. Das Polydimethylsiloxan hat vorzugsweise eine Viskosität von 17 000 bis 20 000 cP, das Polyhydrogenmethylsiloxan eine solche im Bereich von 15 cP. Mit dem Mischungsverhältnis von 26,1 : 17,4 erhält man die besten Ergebnisse, jedoch sind Abweichungen von diesem Verhältnis bis zu ± 3 Gew.% ohne weiteres möglich, ohne das Ergebnis wesentlich zu beeinflussen. Es ist sehr wichtig, daß die Emulsion daneben auch noch das Reaktionsgemisch aus dem Diepoxid



und Hexamethyldiamin (im folgenden als "Polyepoxid A" bezeichnet) enthält. Auf diese Weise wird ein besonders gut haftender Auftrag auf das Fasermaterial erzielt.

Le A 16.962

-9-

Man erhält dieses Reaktionsgemisch wie in der DAS 1 153 524 beschrieben, indem man das Diepoxid und das Diamin in solchen Mengen miteinander umsetzt, daß auf jedes aktive Wasserstoffatom des Diamins eine bis drei Epoxidgruppen kommen.

Schließlich enthält die Siliconölemulsion als Härter das Gemisch aus Zinndioctylmaleinat und Zinndibutylaurat im Gewichtsverhältnis 1 : 1 in einer Menge von 1,8 bis 18 Gew.%, bezogen auf die Polysiloxan-Komponenten. Die Silicon-Emulsion kann im Sprüh-, Pflatsch-, Walzenauftrags- und Tauchverfahren auf das Kabelband aufgebracht werden, wobei sich das letztere als besonders zweckmäßig erwiesen hat. Anschließend wird soweit abgequetscht, daß nach dem Trocknen und Kondensieren ein Effektivauftrag von 0,2 bis 2 %, bezogen auf das Fasergewicht, auf dem Kabelband vorhanden ist. Vorzugsweise beträgt der Auftrag 0,8 bis 1,2 %.

Es hat sich weiterhin gezeigt, daß es vorteilhaft ist, das Antistatikum in einem getrennten Avivierungsprozeß nach der Silicon-Avivage aufzubringen. Vorher wird das Kabelband getrocknet und die Polysiloxanavivage auf demselben kondensiert. Dieser Verfahrensschritt erfolgt zweckmäßigerweise bei einer Temperatur von 120 bis 180°C während einer Zeit von 2 bis 10 Minuten.

Als Antistatika eignen sich alle üblicherweise für Polyesterfasern üblichen ionogenen und nichtionogenen Antistatika. Sie werden aus wäßriger Lösung mit einem Effektivauftrag von 0,1 bis 0,6 %, vorzugsweise 0,2 bis 0,4 %, bezogen auf das Fasergewicht, aufgebracht. Besonders geeignet als Antistatikum ist das Oxäthylierungsprodukt von 1,12-Dodecandiol.

Danach wird das Kabelband geschnitten, so daß gekräuselte Stapelfasern mit einer Schnittlänge von 30 bis 70 mm, vorzugsweise 40 bis 60 mm, erhalten werden.

Le A 16.962

- 6 -

709834/0932

- 10 -

Diese Stapelfasern können dann in bekannter Weise zu Vliesen weiterverarbeitet werden, die sich in hervorragender Weise als Fiberfill für Kissenfüllungen, Füllungen von Decken und dgl. eignen. Dieses Fiberfill kommt in seinen Gebrauchseigenschaften weitgehend einer natürlichen Daunenfüllung nahe.

Durch die optimale Abstimmung zwischen Faserart, Titer, Schnittlänge und Intensität der Kräuselung, der Art und Menge des Siliconauftrages, der Härtermenge und der Art und Menge des Antistatikums führt zu einem Füllmaterial mit den gewünschten Eigenschaften.

Beispiel 1 :

Ein gekräuselt und fixiertes Kabelband aus dem Polyester aus Terephthalsäure und 1,4-Cyclohexandimethanol von ca. 50 ktex (Einzeltiter 5,8) und einer Kräuseldichte von 12 - 14 Bögen/50 mm wird mit einer 3 Gew.-%igen wäßrigen Siliconemulsion, hergestellt aus einer Stammemulsion folgender Zusammensetzung

Polydimethylsiloxan (OH-Gruppen- endgestoppt)	26,1 Gew.%
Polymethylhydrogensiloxan	17,4 Gew.%
Polyepoxid A	6,5 Gew.%
HCl	2,7 Gew.%
Wasser	<u>47,3 Gew.%</u>
	100,0 Gew.%

und 3 g/l Härter (bezogen auf die 3%ige Flotte) im Tauchverfahren bei einem Abquetscheffekt von ca. 40 % und einer Laufgeschwindigkeit von 60 m/min. aviviert, zwischen 140 und 170°C getrocknet und kondensiert. Der Effektivauftrag beträgt 1,2 Gew.%. Dann wird mit einer 7,5 gew.-%igen wäßrigen Lösung des Antistatikums 1,12-Dodecandiol (oxäthyliert) bei einem

Le A 16,962

- 7 -

709834/0932

- 11.

Effektivauftrag von 0,3 Gew.% aviviert und anschließend auf 50 mm geschnitten. Die erhaltenen Fasern zeigen auf den üblichen Vliesanlagen nicht störende Aufladungen von ca. 50 - 200 Volt.

Bauschprüfungen an gekrempelten Faserproben zeigen das verbesserte Rücksprungverhalten des Materials gegenüber unbehandeltem Material (s. Tabelle 1).

Vergleichsbeispiel :

Das Beispiel 1 wurde wiederholt, jedoch betrug die Kräuseldichte 16 - 18 Bögen/50 mm. Das unterschiedliche Gebrauchsverhalten ergibt sich aus Tabelle 1.

Beispiel 2 :

Das Beispiel 1 wurde wiederholt mit einer Faser der Schnittlänge 60 mm. Die Gebrauchseigenschaften des erhaltenen Fiberfills sind in Tabelle 1 niedergelegt.

Für die Beurteilung der Füllfähigkeit, des Bauschverhaltens und Form- und Volumen-Beständigkeit wurde das in Beispiel 1 und 2 und in dem Vergleichsbeispiel beschriebene Fiberfill einer Bausch- und Waschprüfung unterzogen; das Ergebnis ist in Tabelle 1 zusammengefaßt.

Tabelle 1

Beispiel	Titer dtex	Kräuselbögen/50 mm	Schnittlänge mm	Bauschverhalten			Waschverhalten nach 3 Wäschen, 40°C Waschmaschine
				E mm	B mm	F mm	
1	5,8	12-14	50	59	31	91	gut; gleichmäßige Füllung
2	5,8	12-14	60	57	33	92	sehr gut; sehr gleichmäßige Füllung
Vgl.	5,8	16-18	50	46	41	88	schlecht; die Fasern ballen zusammen

Le A 16.962

- 8 -

709834/0932

Prüfbedingungen

Bauschprüfung: In einen Zylinder mit einem Durchmesser von 90 mm und einer Höhe von 100 mm werden 15 g gekrempelter Flocke eingefüllt und mit einem Stempeldruck von 25 p/cm^2 dynamisch (100 Be- und Entlastungen 10 min) belastet. Dabei bedeutet F die Füllhöhe (in mm) nach Beendigung des Versuchs, B den Bauschwiderstand, d.h. die Füllhöhe unter der vorgegebenen Belastung von 25 p/cm^2 , $E = F - B$ den elastischen Aufsprung.

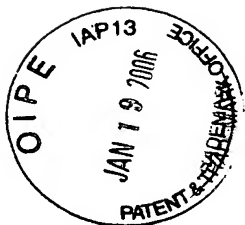
Waschprüfung: Kissen der Größe 30 x 30 cm und einer Faserfüllung von 200 g/Kissen werden 3mal bei 40°C in einer Hauswaschmaschine gewaschen und anschließend bei 80°C im Umlufttrockenschrank getrocknet.

Beispiel 3 :

Ein verstrecktes, ungekräuselter, unfixiertes Polyesterkabel von 50 ktex mit einem Einzeltiter von 5,8 dtex wird mit einer 20 gew.%igen wäBrigen Siliconemulsion aus der in Beispiel 1 beschriebenen Stammlösung und 1 g Härter/1 Flotte im Tauchverfahren aviviert, auf ca. 5 % abgequetscht, anschließend gekräuselt (Kräuselbogenzahl 12 - 14/50 mm), getrocknet bei ca. $140 - 180^\circ\text{C}$ und kondensiert, fixiert, mit dem in Beispiel 1 verwendeten Antistatikum im Sprühverfahren aviviert und geschnitten (Schnittlänge 60 mm).

Siliconauftrag	1 Gew.%
Auftrag an Antistatikum	0,3 Gew.%

Das erhaltene Fiberfill verhält sich wie das gemäß Beispiel 2 erhaltene Fiberfill.



THIS PAGE BLANK (USPTO)

THIS PAGE BLANK (USPTO)